

## Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

**Aktenzeichen:** 103 35 863.3

**Anmeldetag:** 06. August 2003

**Anmelder/Inhaber:** Clariant GmbH,  
65929 Frankfurt/DE

**Bezeichnung:** Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung eines  
Pigment-Masterbatches

**IPC:** C 08 J, C 09 D

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 22. Juli 2004  
**Deutsches Patent- und Markenamt**  
Der Präsident  
Im Auftrag

Letang

**PRIORITY  
DOCUMENT**  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

## Beschreibung

## 5 Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung eines Pigment-Masterbatches

Die vorliegende Erfindung liegt auf dem Gebiet der Pigmentkonzentrate in thermoplastischen Polymeren.

10 Pigmentkonzentrate in thermoplastischen Polymeren, kurz Pigment-Masterbatche genannt, sind seit langem bekannt und werden üblicherweise in der Kunststoffindustrie als leicht dosierbare Stammmischung zur Kunststoffeinfärbung eingesetzt. Das thermoplastische Polymer (Träger) ist dabei auf das jeweilige Endprodukt abgestimmt.

15

Für die industrielle Produktion von Pigment-Masterbatchen sind kontinuierliche und diskontinuierliche Verfahren bekannt. Üblicherweise wird bei allen bekannten Verfahren das Pigment in Pulverform eingesetzt, was prozesstechnische Nachteile, wie z.B. aufwendige Vorbehandlungsschritte (Trocknung, Mahlung, Additivierung,

20

Vormischungen) und eventuell zusätzliche vorgeschaltete Dispergierschritte mit sich bringt. Um pulverförmige Pigmente im thermoplastischen Träger zu dispergieren, werden meist Dispergierhilfsmittel wie Wachse, Öle oder Stearate zugegeben. Die

25

Zugabemengen der Dispergierhilfsmittel können bis zu 40 Gew.-% und mehr betragen. Diese Stoffe sind allerdings im Masterbatch unerwünscht, da sie zu Problemen bei der Verarbeitung bzw. zu Qualitätseinbußen im Endprodukt führen können. Des weiteren kann selbst durch Zugabe dieser Hilfsmittel nicht immer sichergestellt werden, dass eine optimale Dispergierung erreicht wird. Weiterhin ist bei Einsatz von Pulverpigmenten zur Herstellung hochpigmentierter Pigment-

30

Masterbatche deren geringe Schüttdichte bei der Direktverarbeitung im Extruder von Nachteil.

Aus der US-A-4,474,473 und der US-B1-6,273,599 sind kontinuierliche Flush-Verfahren von Pigmenten bekannt, worin wässrige Pigmentpresskuchen in eine hydrophobe organische Phase überführt werden. Dabei entstehen fließfähige

Pigmentdispersionen, die für den Einsatz in Drucktinten und Anstrichfarben geeignet sind.

- Die Aufgabe der vorliegenden Erfindung bestand darin, ein kontinuierliches kostengünstiges Verfahren zur Herstellung von Pigment-Masterbatchen bereitzustellen, das die vorstehend beschriebenen prozesstechnischen Nachteile vermeidet, auf den Einsatz größerer Mengen von Dispergierhilfsmittel verzichten kann und besonders homogene Produkte liefert.
- 10 Diese Aufgabe konnte durch ein spezielles Extrusionsverfahren, wie nachstehend definiert, gelöst werden.
- Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung eines Pigment-Masterbatches durch Extrusion, dadurch gekennzeichnet, dass
- 15 a) ein thermoplastisches Polymer in Granulat- oder Pulverform in einen vorzugsweise gleichläufigen Doppelschneckenextruder kontinuierlich eindosiert wird;
  - b) das eindosierte Polymer im Extruder geschmolzen wird;
  - 20 c) ein pumpbarer Pigmentpresskuchen, enthaltend vorzugsweise 5 bis 35 Gew.-% Pigment, Wasser und/oder organisches Lösemittel, unter erhöhtem Druck durch eine Einlassöffnung des Extruders in das geschmolzene Polymer kontinuierlich eindosiert wird, wobei der Druck so hoch ist, dass die Siedetemperatur des Wassers und/oder organischen Lösemittels höher als die Innentemperatur des Extruders im Bereich dieser Einlassöffnung ist;
  - 25 d) gegebenenfalls ein Fließverbesserer zur Optimierung der Dosierung hinzugegeben wird;
  - e) das Pigment aus dem Presskuchen durch Einwirkung von Scherkräften in das geschmolzene Polymer eindispersiert wird;
  - 30 f) das Wasser und/oder organische Lösemittel durch mindestens eine Auslassöffnung des Extruders, die vorzugsweise mit einer Doppelschneckenschleuse kombiniert ist, unter erhöhtem Druck entfernt wird, wobei der Druck so hoch ist, dass die Siedetemperatur des Wassers und/oder

organischen Lösemittels höher als die Innentemperatur des Extruders im Bereich dieser Auslassöffnung ist;

- g) die pigmentierte Polymerschmelze aus dem Extruder ausgetragen, abgekühlt und granuliert wird.

5

Zweckmäßigerweise wird der erfindungsgemäße Prozess durch eine vollautomatische Mess- und Regelungseinrichtung gesteuert und geregelt. Es handelt sich hierbei um ein kontinuierlich durchgeführtes Verfahren, das im Gegensatz zu den bekannten Batchverfahren (z.B. Flushen auf einem Kneiter bei atmosphärischem Druck und Temperaturen unterhalb des Normalsiedepunktes des Wassers) bei höherem Druck und erhöhter Temperatur wirtschaftliche Durchsatzraten ermöglicht.

10

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens ist ein Doppelschneckenextruder mit einem Länge/Durchmesser-Verhältnis von 25 oder größer geeignet, der eine Einrichtung zur Einführung des thermoplastischen Polymers, daran anschließend eine Extrusionsstrecke zum Aufschmelzen des thermoplastischen Polymers, daran anschließend eine Einlassöffnung zur Zudosierung des Pigmentpresskuchens unter erhöhtem Druck, daran anschließend eine Extrusionsstrecke zur Eindispersierung der Pigmentpartikel in das geschmolzene Polymer durch Einwirkung von Scherkräften, und daran anschließend eine oder mehrere Auslassvorrichtung(en) zur Entfernung des Wassers und/oder organischen Lösemittels aus dem Pigmentpresskuchen unter erhöhtem Druck aufweist. Die Prozessparameter (Temperaturen und Druck im Extruder, Differenzdruck bei der Abtrennung von Wasser und/oder Lösemittel und alle Mengenströme) werden vorzugsweise über ein Prozessleitsystem geregelt.

20

25

30

Als thermoplastische Polymere kommen die üblicherweise zur Masterbatchherstellung geeigneten Kunststoffe, insbesondere Polyethylen, Polypropylen, Polystyrol und dessen Modifikationen sowie EVA in Betracht.

Als Pigmente kommen insbesondere organische Pigmente in Betracht. Beispiele für organische Pigmente im Sinne der Erfindung sind Monoazopigmente, Disazopigmente, Disazokondensationspigmente, verlackte Azopigmente,

- Triphenylmethanpigmente, Thioindigopigmente, Thiazinindigopigmente,  
 Perylenpigmente, Perinonpigmente, Anthanthronpigmente,  
 Diketopyrrolopyrrolpigmente, Dioxazinpigmente, Chinacridonpigmente,  
 Phthalocyaninpigmente, Isoindolinonpigmente, Isoindolinpigmente,  
 5 Benzimidazonpigmente, Naphtholpigmente und Chinophthalonpigmente.

10 Zweckmäßigerweise gelangt das Kunststoffpulver oder -granulat aus einem Vorlagebehälter durch eine gravimetrische Dosierung mittels einer Förderschnecke in den Extruder. Die auf die eindosierten Kunststoffpartikel einwirkenden Scherkräfte des in Betrieb befindlichen Doppelschneckenextruders sowie die Wärmeeinwirkung durch außen am Extruderzylinder installierte elektrische Heizungen bewirken ein Plastifizieren des Kunststoffes.

- 15 Der Pigmentpresskuchen enthält zweckmäßigerweise zwischen 5 und 35 Gew.-% Pigment, um leicht pumpbar zu sein. Zur Verbesserung der Fließeigenschaften kann weiterhin ein üblicher Fließverbesserer zugegeben werden, vorzugsweise oberflächenaktive Substanzen, wie Oxalkylate oder funktionalisierte Polymere. Der Pigmentpresskuchen ist bevorzugt wässrig, jedoch können auch organische Lösemittel, wie z.B. Chlorbenzole, ein- oder mehrwertige Alkohole, deren Ether und  
 20 Ester, z.B. Alkanole, insbesondere mit 1 bis 6 C-Atomen, wie z.B. Methanol, Ethanol, Propanol, Isopropanol, Butanol, Isobutanol, Amylalkohol; zwei- oder dreiwertige Alkohole, insbesondere mit 2 bis 5 C-Atomen, z.B. Ethylenglykol, Propylenglykol, 1,3-Propandiol, 1,4-Butandiol, 1,5-Pentandiol, 1,6-Hexandiol, 1,2,6-Hexantriol, Glycerin, Diethylenglykol, Dipropylenglykol, Triethylenglykol, Polyethylenglykol,  
 25 Tripropylenglykol, Polypropylenglykol; niedere Alkylether von mehrwertigen Alkoholen, wie z.B. Ethylenglykolmono-methyl-, -ethyl- oder -butyl-ether, Triethylenglykol-mono-methyl- oder -ethyl-ether; Ketone und Ketonalkohole wie z.B. Aceton, Methylethylketon, Diethylketon, Methylisobutylketon, Methylpentylketon, Cyclopentanon, Cyclohexanon, Diacetonalkohol; Amide, wie z.B. Dimethylformamid,  
 30 Dimethylacetamid, N-Methylpyrrolidon, Toluol und n-Hexan, ausschließlich oder im Gemisch mit Wasser enthalten sein.

Um die Verdampfung des Wassers und/oder Lösemittels zu verhindern, wird der Pigmentpresskuchen unter erhöhtem Druck, vorzugsweise durch eine Pumpe (z.B.

Exzenterschneckenpumpe) bei einem Druck zwischen 1 und 30 bar, in den Extruder eindosiert. Damit das im Extruder aufgeschmolzene Polymer fließfähig bleibt, ist es zweckmäßig, den einzudosierenden Pigmentpresskuchen kurz vor dem Eintritt in den Extruder auf eine Temperatur zwischen 20 und 220°C, vorzugsweise 60 bis 180°C, zu erwärmen. Die Mengenverhältnisse zwischen dem Polymer und dem Pigmentpresskuchen sollten dabei so gewählt werden, dass der entstehende Pigment-Masterbatch etwa 10 bis 70 Gew.-%, vorzugsweise 30 bis 50 Gew.-%, Pigment und etwa 30 bis 90 Gew.-%, vorzugsweise 50 bis 70 Gew.-%, thermoplastisches Polymer enthält.

10

In der anschließenden Extrusionsstrecke findet der Übergang des Pigments in das Polymer statt. Ein geeignetes Schneckendesign im Inneren des Extruders bewirkt den Phasenübergang des Pigmentes aus dem Pigmentpresskuchen in die Kunststoffschmelze sowie eine effektive Dispergierung der Pigmentpartikel im Polymer.

15

Die Abtrennung des Wassers und/oder Lösemittels findet meist bei Temperaturen über 100°C, bevorzugt 120°C bis 240°C und unter erhöhtem Druck (Wert abhängig von der Art der abzutrennenden Flüssigkeit) statt. Dadurch wird dem System keine Verdampfungswärme entzogen; die Pigment/Polymerschmelze bleibt in der plastischen Phase. Eine Differenzdruckregelung, vorzugsweise eine vollautomatische Differenzdruckregelung mit Hilfe eines Stellventils, verhindert ein Verdampfen der abzutrennenden Flüssigkeit im Extruder, was zur Folge hätte, dass aufgrund des relativ großen Volumens des Gases die kinetische Energie beim Austritt aus dem System so groß wäre, dass Teile der Pigment/Polymerschmelze im Gasstrom mitgerissen würden. Das Wasser und/oder Lösemittel wird dabei vorzugsweise über eine oder mehrere Doppelschneckenschleusen, die für einen Druck bis 30 bar abgedichtet sind, über einen konstanten Differenzdruck flüssig abgetrennt, anschließend abgekühlt und entspannt. Die Wärmeenergie des abgetrennten Wassers und/oder Lösemittels kann rückgeführt und beispielsweise zum Anwärmen des Presskuchens vor dem Eindüsen in den Extruder verwendet werden.

20

25

30

Noch verbleibende Restmengen an Wasser und/oder Lösemittel können über eine nachfolgende Entgasungseinrichtung (atmosphärisch bzw. Vakuum) am Extruder aus der pigmentierten Polymerschmelze abgezogen werden.

- 5 Die pigmentierte Polymerschmelze wird anschließend aus dem Extruder ausgetragen, die entstehenden pigmentierten Polymerstränge abgekühlt, beispielsweise in einem Wasserbad, und granuliert.

- 10 Das erfindungsgemäße Verfahren bietet im Vergleich zu herkömmlichen Herstellungsverfahren für Masterbatche, z.B. dem Heiß-Kalt-Mischverfahren, vergleichbare Raum-Zeit-Ausbeuten des Gesamtprozesses, einen geringeren Gesamtenergieverbrauch und überraschenderweise auch bessere Produktqualitäten hinsichtlich der Dispergierung der Pigmente bei deutlich verringertem Anteil oder Verzicht an Dispergierhilfsmitteln. Dies zeigt sich insbesondere in niedrigeren
- 15 Filterwerten und besseren Foliennoten.

- 20 Filterwert und Foliennote beschreiben die Dispergierqualität eines Pigmentes in einem Masterbatch. Beim Filterwert wird dabei eine definierte Menge Masterbatch in einem Einschneckenextruder mit nachgeschalteter Zahnradpumpe aufgeschmolzen und durch ein Maschensieb mit definierter Maschenweite gepumpt. Sind im Masterbatch unvollständig dispergierte Pigmentteilchen (Pigmentagglomerate) enthalten, so bleiben diese in den Maschen des Siebes hängen. Dadurch verringert sich der Strömungsquerschnitt des Siebes, was zu einem Druckanstieg vor dem
- 25 Sieb führt. Die spezifische Druckdifferenz vom Start bis zum Ende des Tests ist der sogenannte Filterwert.

- 30 Zur Bewertung der Foliennote wird eine Blasfolie hergestellt, die mittels des zu prüfenden Masterbatches eingefärbt wird. Pigmentagglomerate werden dann in der Folie als Stippen sichtbar. Eine Bewertung von Stippenanzahl (Fehlerindex) und Größe erfolgt gegen Referenzmuster.

Korrelation von Fehlerindex und Foliennote:

Fehlerindex (FI)	Foliennote
0-5	1
6-10	1-2
11-100	2
101-200	2-3
201-300	3
301-400	3-4
401-600	4
601-1000	4-5
>1000	5

In den nachfolgenden Beispielen bedeutet % Gewichtsprozent.

5

#### Beispiel 1

Zur Herstellung des Masterbatches wurde ein gleichläufiger Doppelschneckenextruder mit einem Schneckendurchmesser von 27 mm und einem L/D-Verhältnis von 48 (12 Zylinder; 1 Zylinder entspricht 4D) eingesetzt. Die Umdrehungsgeschwindigkeit der Schnecken lag bei 700 Umdrehungen/Minute. Abbildung 1 zeigt den prinzipiellen Aufbau des Extruders und die Temperaturverteilung im Extruder.

10

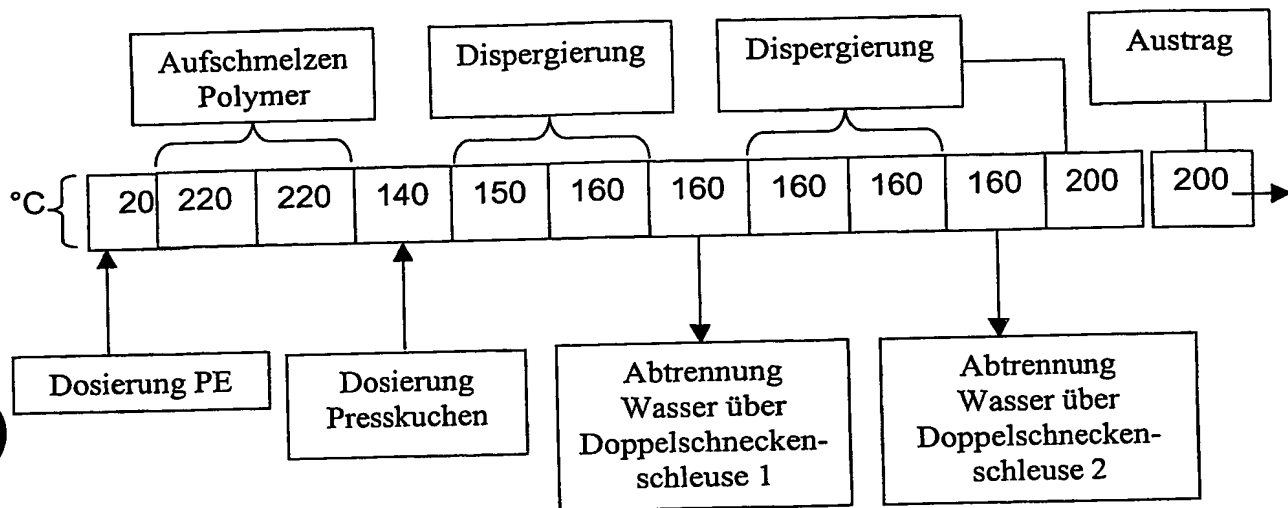
15

20

Hierbei wurde ein Polyethylengranulat (®Riblene MR 10) über gravimetrische Dosierung kontinuierlich mit konstanter Feedrate (12 kg/h) in den ersten Zylinder des Extruders eindosiert. In den folgenden zwei Zylindern wurde das Polymer aufgeschmolzen. In den 4. Zylinder erfolgte die Zudosierung des wässrigen Presskuchens (Pigmentgehalt: 25 Gew.-% PV Echtgelb HG/P.Y. 180) über eine Exzentrerschneckenpumpe (ebenfalls kontinuierlich und mit konstanter Feedrate von 32 kg/h). Der Druck betrug hier 7 bar. Die Temperatur an der Einlassöffnung des Extruders lag bei 140°C. In den Zylindern 5 und 6 wurde das Pigment in das Polymer eingebracht und dispergiert. Das Wasser wurde anschließend über zwei Doppelschneckenschleusen mit jeweils 200 Umdrehungen/Minute aus den Zylindern 7 und 10 bei Temperaturen > 100°C abgetrennt. Die Zylinder 8, 9 und 11 dienen zur



intensiven Dispergierung des Pigments im Polymer. Über eine Lochplatte wurden die Polymerstränge im Anschluss aus dem Extruder gefördert, im Wasserbad gekühlt, mit Hilfe einer Absaugung getrocknet und stranggranuliert.



5

Abbildung 1: Aufbau des Extruders und axiale Temperaturverteilung im Extruder

Als Produkt wurde ein trockenes Masterbatchgranulat mit einem Pigmentgehalt von 40 % und einem Polyethylengehalt von 60 % hergestellt. Dieses Masterbatch hat, obwohl kein Wachs oder ein ähnliches Additiv zugegeben wurde, eine bessere Dispersion des Pigments im Kunststoff als ein vergleichbarer Produktstandard konventioneller Herstellung (40 % Pigment, 40 % Wachs, 20 % Polyethylen, im Schnellmischer heißgemischt und anschließend im Kühlmischer abgekühlt und extrudiert). Tabelle 1 vergleicht hierzu Foliennote sowie Filterwert.

10

15

Tabelle 1: Foliennote und Filterwert eines Masterbatches nach dem erfindungsgemäßen Verfahren und eines Masterbatchstandards

	Foliennote / FI	Filterwert [bar/g]
Masterbatch aus Presskuchen nach beschriebenen Verfahren	2 / 33	0,2
Produktstandard (Vergleich)	2-3 / 152	0,35

## Beispiel 2

Zur Herstellung des Masterbatches wurde ein gleichläufiger

Doppelschneckenextruder mit einem Schneckendurchmesser von 40 mm und einem L/D-Verhältnis von 52 eingesetzt (13 Zylinder; 1 Zylinder entspricht 4D). Die

5 Umdrehungsgeschwindigkeit der Schnecken lag bei 500 Umdrehungen/Minute.

Abbildung 2 zeigt den prinzipiellen Aufbau des Extruders.

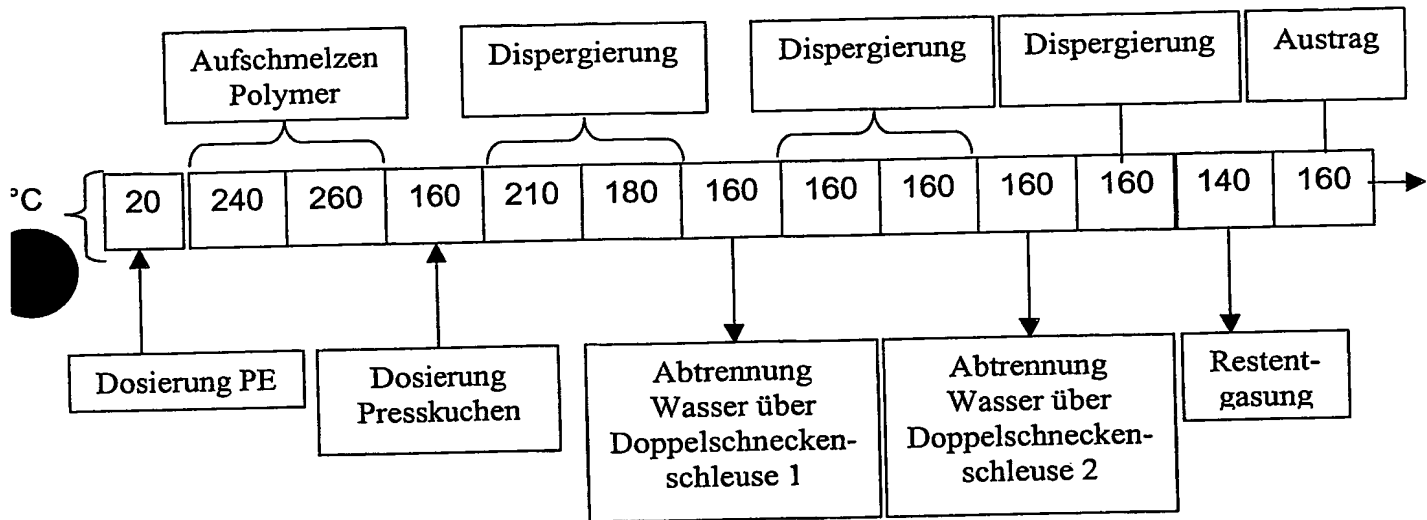


Abbildung 2: Aufbau des Extruders und axiale Temperaturverteilung im Extruder

10

Hierbei wurde das Polypropylengranulat (MFI 36) über gravimetrische Dosierung kontinuierlich mit konstanter Feedrate von 17,5 kg/hr in den ersten Zylinder des

Extruders eindosiert. In den folgenden zwei Zylindern wurde das Polymer aufgeschmolzen. In den 4. Zylinder erfolgte die Zudosierung des wässrigen

15 Presskuchens (Pigmentgehalt: 20 Gew.-% PV Echtrosa E/P.R. 122) über eine Exzentrerschneckenpumpe (ebenfalls kontinuierlich und mit konstanter Feedrate von 37,6 kg/hr). Der Druck betrug hier 8 bar. Die Temperatur an der Einlassöffnung des Extruders lag bei 160°C. Um einen konstant pumpbaren Presskuchen zu erhalten, wurde dem Presskuchen zur Verbesserung des Fließverhaltens noch ein Additiv

20 zugegeben (Acrylpolymerbasis; 1 % bezogen auf den Pigmentgehalt). In den Zylindern 5 und 6 wurde das Pigment in das Polymer eingebracht und dispergiert.

Das Wasser wurde über zwei Doppelschneckenschleusen (1: 300

Umdrehungen/Minute; 2: 200 Umdrehungen/Minute) aus den Zylindern 7 und 10 bei Temperaturen > 100°C abgetrennt. Die Zylinder 8, 9 und 11 dienen der weiteren

Dispergierung des Pigments im Polymer. Zylinder 12 besitzt einen Vakuumanschluss zur Restentfeuchtung der Pigment/Polymerschmelze. Über eine Lochplatte wurden die Polymerstränge aus dem Extruder gefördert, im Wasserbad gekühlt, mit Hilfe einer Absaugung getrocknet und stranggranuliert.

5

Als Produkt wurde ein trockenes Masterbatchgranulat mit einem Pigmentgehalt von 29,9 %, einem Additivgehalt von 0,3 % und einem Polypropylengehalt von 69,8 % hergestellt. Verglichen mit einem konventionellen Produktstandard hat dieses Masterbatch eine bessere Foliennote sowie einen besseren Filterwert (siehe Tabelle

10

2). Konventioneller Produktstandard: 30 % Pigment, 30 % Wachs, 40 % Polypropylen, im Schnellmischer heißgemischt und anschließend im Kühlmischer abgekühlt und extrudiert).

15

Tabelle 2: Foliennote und Filterwert eines Masterbatches nach dem erfindungsgemäßen Verfahren und eines Masterbatchstandards

	Foliennote / FI	Filterwert [bar/g]
Masterbatch aus Presskuchen nach beschriebem Verfahren	2-3 / 128	0,4
Produktstandard (Vergleich)	4 / 530	1,2

## Patentansprüche:

- 1) Verfahren zur Herstellung eines Pigment-Masterbatches durch Extrusion, dadurch gekennzeichnet, dass
- 5 a) ein thermoplastisches Polymer in Granulat- oder Pulverform in einen Doppelschneckenextruder kontinuierlich eindosiert wird;
- b) das eindosierte Polymer im Extruder geschmolzen wird;
- 10 c) ein pumpbarer Pigmentpresskuchen, enthaltend Pigment, Wasser und/oder organisches Lösemittel, unter erhöhtem Druck durch eine Einlassöffnung des Extruders in das geschmolzene Polymer kontinuierlich eindosiert wird, wobei der Druck so hoch ist, dass die Siedetemperatur des Wassers und/oder organischen Lösemittels höher als die Innentemperatur des Extruders im Bereich dieser Einlassöffnung ist;
- d) gegebenenfalls ein Fließverbesserer hinzugegeben wird;
- 15 e) das Pigment aus dem Presskuchen durch Einwirkung von Scherkräften in das geschmolzene Polymer eindispersiert wird;
- f) das Wasser und/oder organische Lösemittel durch mindestens eine Auslassöffnung des Extruders unter erhöhtem Druck entfernt wird, wobei der Druck so hoch ist, dass die Siedetemperatur des Wassers und/oder organischen Lösemittels höher als die Innentemperatur des Extruders im Bereich dieser Auslassöffnung ist;
- 20 g) die pigmentierte Polymerschmelze aus dem Extruder ausgetragen, abgekühlt und granuliert wird.
- 25 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass ein gleichläufiger Doppelschneckenextruder verwendet wird.
- 3) Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass der Pigmentpresskuchen 5 bis 35 Gew.-% Pigment enthält.
- 30 4) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Auslassöffnung(en) in f) mit einer oder mehreren Doppelschneckenschleusen kombiniert ist/sind.

5) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das thermoplastische Polymer ein Polyethylen, Polypropylen, Polystyrol oder Ethylenvinylacetat ist.

5 6) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Pigment ein organisches Pigment aus der Gruppe der Monoazopigmente, Disazopigmente, Disazokondensationspigmente, verlackten Azopigmente, Triphenylmethanpigmente, Thioindigopigmente, Thiazinindigopigmente, Perylenpigmente, Perinonpigmente, Anthanthronpigmente, 10 Diketopyrrolopyrrolpigmente, Dioxazinpigmente, Chinacridonpigmente, Phthalocyaninpigmente, Isoindolinonpigmente, Isoindolinpigmente, Benzimidazonpigmente, Naphtholpigmente oder Chinophthalonpigmente ist.

15 7) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Fließverbesserer eine oberflächenaktive Substanz ist.

8) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass der Pigment-Masterbatch 10 bis 70 Gew.-% Pigment und 30 bis 90 Gew.-% thermoplastisches Polymer enthält.

20

9) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Wärme des über die Auslassöffnungen abgeführten Wassers und/oder Lösemittels zum Erhitzen des zu dosierenden Presskuchens genutzt wird.

25

10) Verfahren nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Wasser- und/oder Lösemittelabtrennung in Schritt f) über eine vollautomatische Regelung des Differenzdrucks, vorzugsweise durch ein Stellventil, erfolgt.

## Zusammenfassung

## Kontinuierliches Verfahren zur Herstellung eines Pigment-Masterbatches

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Pigment-Masterbatches durch Extrusion, dadurch gekennzeichnet, dass
- a) ein thermoplastisches Polymer in Granulat- oder Pulverform in einen Doppelschneckenextruder kontinuierlich eindosiert wird;
  - b) das eindosierte Polymer im Extruder geschmolzen wird;
  - 10 c) ein pumpbarer Pigmentpresskuchen, enthaltend Pigment, Wasser und/oder organisches Lösemittel, unter erhöhtem Druck durch eine Einlassöffnung des Extruders in das geschmolzene Polymer kontinuierlich eindosiert wird, wobei der Druck so hoch ist, dass die Siedetemperatur des Wassers und/oder organischen Lösemittels höher als die Innentemperatur des Extruders im Bereich dieser Einlassöffnung ist;
  - 15 d) gegebenenfalls ein Fließverbesserer hinzugegeben wird;
  - e) das Pigment aus dem Presskuchen durch Einwirkung von Scherkräften in das geschmolzene Polymer eindispersiert wird;
  - f) das Wasser und/oder organische Lösemittel durch mindestens eine Auslassöffnung des Extruders unter erhöhtem Druck entfernt wird, wobei der Druck so hoch ist, dass die Siedetemperatur des Wassers und/oder organischen Lösemittels höher als die Innentemperatur des Extruders im Bereich dieser Auslassöffnung ist;
  - 20 g) die pigmentierte Polymerschmelze aus dem Extruder ausgetragen, abgekühlt und granuliert wird.
  - 25

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**